

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

Current session 13/05/2003

1 / 2 DWPX - ©Thomson Derwent
 AN - 1976-42916X [23]
 TI - Prodn. of nylon 6 filaments - having good high speed crimping props
 DC - A23 F01
 PA - (TEIJ) TEIJIN LTD
 NP - 1
 NC - 1
 PN - JP51047114 A 19760422 DW1976-23 *
 PR - 1974JP-0120980 19741022
 IC - D01F-006/60
 AB - JP51047114 A
 After the nylon 6 polymer is extruded into filaments by melt spinning and is solidified by cooling, the extruded filaments are taken out at the speed of 2300-4500 meters per minute. Successively, they are subjected to heat treatment at 100-190 degrees C while being stretched 3.5-15% and then are wound up.
 MC - CPI: A05-F03 A11-B02B A11-B15B A12-S05L F01-C03 F01-C06 F01-H05
 UP - 1976-23

2 / 2 DWPX - ©Thomson Derwent
 AN - 1975-85385W [52]
 TI - Uniform denier nylon fibres - melt spun polyamide fibres, coated with lubricant, heat-treated and stretched
 DC - A23 A32 A94 F01
 PA - (TEIJ) TEIJIN LTD
 NP - 1
 NC - 1
 PN - JP50071921 A 19750614 DW1975-52 *
 PR - 1973JP-0124559 19731107
 IC - D01F-000/00
 AB - JP50071921 A
 Fibres are prepd. by melt spinning a polyamide at ≥ 1500 m/min., cooling the fibres, coating the fibres with a lubricant, and passing the fibres through a region heated at or above the glass transition temp. of the polymer but below the m.pt. of the polymer followed by stretching $\geq 0.02\%$ (opt. fibres are stretched in the heating region). In an example, polycaprolamide was spun at 280 degrees and 3,000 m/min. and the spun fibres were cooled, coated (5wt.%) with an aq. emulsion contg. a lubricant, and passed over a godet at 55 degrees and subsequently over another godet at 45 degrees (stretch between 2nd godet and take-up rod is 0.2%) to give fibres with denier variation ratio 6.5%, compared with 15.5% for fibres spun by passing the fibres over 1st and 2nd godets at 60 and 25 degrees, resp.
 MC - CPI: A05-F01E1 A11-B02B A11-B02C A11-B15B A12-S05L F01-C03 F01-C06 F01-H06
 UP - 1975-52

1 / 1 DWPX - ©Thomson Derwent

AN - 1983-32871K [14]

XA - C1983-032080

TI - Hard twisted polyester multifilament yarn prodn. - from melt spun PET and poly:tetra:methylene terephthalate chips by winding whilst passing filament obtd. through heated roller

DC - A23 A32 F01

AW - POLYETHYLENE

PA - (TEIJ) TEIJIN LTD

NP - 2

NC - 1

PN - JP58031114 A 19830223 DW1983-14 6p *
AP: 1981JP-0129400 19810820

JP88042007 B 19880819 DW1988-37

PR - 1981JP-0129400 19810820

IC - D01F-006/02 D02G-003/02

AB - JP58031114 A
20-90% PET chips and the 80-20% polytetramethylene terephthalate chips are blended, melted at 285-295 deg.C and extruded into filaments by melt spinning. Then, the filaments are solidified by cooling. They are then wound at above 3500 m/min. whilst being heat treated by passing them through heated rollers at 200 deg.C. Pref. fineness of the monofilament is below 2.2 denier and its breakage elongation is pref. below 60%. After the multifilament yarn thus obtd. is twisted into 2500 turns/m., and the twist fixed by steaming at 90 deg.C.
The twist of the hard twisted multifilament yarn can be fixed at low temp.

MC - CPI: A05-E04C A07-A03 A11-B15B A11-C05B A12-S05L F01-C03 F01-D04
F01-H01 F01-H05

UP - 1983-14

UE - 1988-37



特 許 願(子)

昭和49年10月22日

特許庁長官殿

1. 発明の名称

ナイロン6繊維の製造法

2. 発明者

大阪府茨木市大字耳原1番地

林 一 (ほか4名)

3. 特許出願人

大阪市東区南本町1丁目1番1号
(300) 帝人株式会社
代表者 大 塚 晋 三

4. 代理人

東京都千代田区内幸町2丁目1番1号
(飯野ビル)
帝人株式会社
(7726) 弁護士 岡 田 純
連絡先 (066) 4481 高山

5. 添付書類の目録

(1) 明 細 書 1 通
(2) 図 面 1 通
(3) 委任状 1 通
(4) 願 費 別 本 1 通

方式
審査

特許庁
10/10/22

明 細 書

1. 発明の名称

ナイロン6繊維の製造法

2. 特許請求の範囲

実質的にナイロン6よりなる合成重合体を熔融紡糸して冷却固化せしめた後、紡糸糸を2300~4500m/分の速度で引取り、引抜き該糸を3.5~1.5%の伸長下に100~190℃の温度で熱処理した後、巻取することを特徴とする捲縮加工性にすぐれたナイロン6繊維の製造法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は高速紡糸により捲縮加工性にすぐれたナイロン6繊維を製造する方法に関するものである。

最近、ポリエステル繊維について、約2500~4000m/分の高速度で紡糸することにより、捲縮加工性のすぐれた中間配向繊維(POY)を製造する方法が提案されている(特開昭48

① 日本国特許庁

公開特許公報

①特開昭 51-47114

④公開日 昭51.(1976)4.22

②特願昭 49-120980

②出願日 昭49.(1974)10.22

審査請求 未請求 (全6頁)

庁内整理番号

7206 47

⑤日本分類

42 D11

⑤Int.Cl?

DOIF 6/60

-35112号)。

本発明者らは、ナイロン6繊維について、向模の高速紡糸により中間配向繊維を製造し、これを捲縮加工して良好な捲縮糸を製造しようとして種々研究を行つた結果、ナイロン6繊維の場合は、単なる高速紡糸により得た中間配向繊維は、良好な捲縮糸となり難いことが判つた。すなわち、前記中間配向繊維は、残留伸度が大きいため、捲縮加工時のドラフト率(延伸倍率)を大きくすることが必要であるが、一般にナイロン6繊維の場合、捲縮加工時のドラフト率の増大に従つて捲縮加工糸の捲縮性能が低下する傾向がある。また、前記中間配向繊維は熱安定性が悪く、例えば3500m/分の速度で紡糸したものは、180℃以上で捲縮加工すると、加工時に断糸、毛羽、未解捻が発生し易く、従来のナイロン6延伸糸に比べて加工温度を10℃以上低くせざるを得ない。しかるに、このように加工温度(ヒートセット温度)を低くすると捲縮堅牢性が悪化し、後工程(染色等)にお

いて捲縮の熱ヘタリが生ずるという問題がある。

本発明者らは、高速紡糸によるナイロン6中間配向繊維における前述の如き諸問題を解決すべく研究の結果、特定の条件で高速紡糸した糸条を特定の条件で緊張熱処理したのち巻取ることによつて、前述の如き問題のない捲縮加工性のすぐれたナイロン6繊維が得られることを見出し、本発明に到達したものである。

即ち、本発明は、実質的にナイロン6よりなる合成重合体を溶融紡糸して冷却固化せしめた後、紡出糸条を2300~4500m/分の速度で引取り、引続き該糸条を3.5~1.5%の伸長下に100~190℃の温度で熱処理した後、巻取ること特徴とする捲縮加工性にすぐれたナイロン6繊維の製造法である。

本発明において言う「実質的にナイロン6よりなる合成重合体」は、ナイロン6単独重合体と主たる対象とするが、他のナイロン繰返し単位(例えばヘキサメチレンアジポアミド)を1.5モル%以下含有する共重合体、または他種

ポリマー(例えばナイロン6とポリエチレンテフタレート)を1.5重量%以下含有する混合重合体であつてもさしつかえない。また、紫外線吸収剤、耐熱安定剤、艶剤、着色剤、難燃剤その他の添加剤を含んでもよい。

かかる合成重合体を紡糸口金より溶融紡出して糸条を冷却固化せしめる方法は、従来公知の方法が採用し得るが、就中、紡出糸条を冷却風により強制冷却し、更に油剤処理を行うことが好ましい。

本発明では、まず、冷却固化した糸条を2300~4500m/分、好ましくは3000~4000m/分の一定速度で引取ることが必要である。引取速度が2300m/分より遅い場合は後述の熱処理を行つても糸条の残留伸度が8.0%以上あり、捲縮加工工程でのドラフト率を大きくする必要があるため、良好な捲縮加工糸を得ることができない。また、引取速度が2300m/分より遅い場合は、熱処理を施しても、巻取後の糸条の経時変化が大きく、室温

で1~2日間放置するとボビン表面の糸条が自己伸長して弛み、パッケージ内外層内に糸質斑を生ずることとなる。一方、引取速度が4500m/分より速い場合は、後述の熱処理の効果が殆んどなくなるばかりでなく、かかる超高速での巻取りを工業的に実施することは困難である。

本発明によれば、上記の如く、高速引取りを行つた糸条を、引続き3.5~1.5%、好ましくは3.5~8%伸長しつつ100~190℃、好ましくは125~165℃の温度で熱処理する。

熱処理手段としては、所定の速度で回転する2組のローラ間に設けた加熱プレート、スリットヒータ等の使用も可能であるが、一定速度で回転する逆テーパ型加熱ローラ(糸条入側から出側に向つて直径が順次増大している加熱ローラ)が好ましく、糸条を該逆テーパ型加熱ローラに数回付けて、連続的な伸長を与えつつ充分な時間熱処理するのが効果的である。また、この逆テーパ型加熱ローラは紡出糸条の

引取ローラと兼ねることもでき、このようにすれば設備をコンパクト化することができる。

この伸長熱処理によつて、糸条の非晶領域の熱安定化と微結晶の成長が行われると共に、熱処理に伴う糸条の自己伸長による糸条のたるみや糸ゆれが防止される。

上記伸長熱処理における伸長率が3.5%未満では糸条の結晶化が不十分で熱安定性の良好な糸条が得られず、捲縮加工工程での加工難度を上げることが困難となり、すぐれた捲縮加工糸が得られない。一方、伸長率が1.5%を超えると、単糸の切断、ローラへの巻付き等を経て安定巻取りが不可能となる。

熱処理温度(加熱ローラ使用の場合はその表面温度)は100~190℃とすることが必要であり、125~165℃が好ましい。熱処理温度が前記範囲より低い場合は、糸条の結晶化度の増大が殆んど認められず、微結晶の成長も認められない。そして、かかる糸条を捲縮加工すると毛羽、未解弛等が多発し、良好な捲縮加

工系を得ることができない。一方、熱処理温度が190℃を超えると、熱処理時に単系の融着切断、ローラへの巻付き等が起る。

次に、本発明を図面により説明する。オ1図は本発明で用いるに適した逆ターバ型加熱ローラである。紡出後、冷却固化された糸条1は逆ターバ型加熱ローラ2とセパレートローラ3により次々に伸長されつつ熱処理される。オ2図は本発明の一実施態様を示す概略図である。図において、紡糸口金4から吐出された未固化糸条5は横吹冷却筒6を通過して冷却固化せしめられる。固化した糸条は給油ローラ7により油剤処理され、引取ローラと兼ねた

逆ターバ型加熱ローラ2で熱処理される。熱処理糸は冷却ローラ8で冷却された後、ワインダー9により巻取られる。

本発明の方法は、巻取後の単系繊維にして2.0デニール以上のナイロン6糸条を製造する場合に特に有効である。ナイロン6はポリエステルに比較して高速紡糸過程での配向結晶化が

大きい。この傾向は単系繊維が細くなるほど著しい。これは、細デニールになるほど紡出後の糸条冷却効果が大きくなり、従つて引伸ばし応力が大きくなるためと考えられる。しかし、捲縮加工用、織物用原糸として必要な2.0デニール以上の場合は、単なる高速紡糸系は配向結晶化が不十分であり、残留伸度が大きく、熱安定性が良好でない。それ故かかる2.0デニール以上を有するナイロン6繊維の場合に本発明の方法がとくに有効である。

以上のごとき本発明の方法によれば、例えば引取速度3500m/分でも、単なる高速紡糸の場合のはば4500m/分で得た繊維に相当する残留伸度に達するものが得られる。しかも、単なる高速紡糸系では空気抵抗により相当無理して引伸ばしているので構造中にボイド(微小空洞)が生成し、且つ非晶領域に歪みが残っているのに対し、本発明の方法による繊維は上記の欠点が解消された熱的安定性をもった構造物となる。それ故、捲縮加工した場合に180℃以

上の高温での加工が可能となり、毛羽、タフネス、捲縮性能等のすぐれた捲縮加工糸が得られる。さらに該ナイロン6繊維は残留伸度が小さく、熱安定性が優れているので捲縮加工用のはか織物用原糸としても使用できる。

実施例1

ナイロン6(極限粘度 $[\eta] = 1.02$)をオ2図に示すような方法で、引取速度、逆ターバ型加熱ローラの温度、伸長率を変えて紡糸し熱処理して巻取った。その際、紡糸温度を260℃とし口金孔径0.45mm、孔数24孔の紡糸口金を用い紡出糸条を横吹冷却筒より冷却風(25℃、65%RH、線速度43m/sec)により冷却した。得られた繊維の物性値をオ1表に示す。なお、同表で、 \bar{M}_w は加熱ローラを使用しない場合であり、 \bar{M}_s は逆ターバ加熱ローラの代りに通常の円筒型加熱ローラを使用した。

オ1表

サンプル No	引取速度 m/分	加熱ローラ		繊維度 dtex	強度 g/dt	伸度 %	小角X線 長周期法 A°
		温度(℃)	伸長率(%)				
1	2000	150	5.5	31.2	2.8	142.5	解折不能
2	3000	"	4.5	98.7	3.6	65.8	64
3	3500	"	し	98.5	4.3	67.5	解折不能
4	"	80	3.7	85.1	4.0	59.7	"
5	"	120	"	86.0	4.3	51.3	65
6	"	150	"	85.4	4.5	49.6	74
7	"	"	3.0	85.1	4.1	56.2	解折不能
8	"	"	0	糸たるみ多発(巻取困難)			
9	"	"	17.2	断糸・ラップ多発(巻取不可能)			
10	"	200	3.7	糸条間密着発生(巻取困難)			
11	4300	150	"	76.1	4.8	44.3	81
12	4800	"	"	74.3	4.9	42.5	88
13	"	"	し	74.9	4.8	45.3	83

サンプルNo 2, 5, 6, 11, 12は本発明の実施例であり、サンプルNo 1, 3, 4, 7, 8, 9, 10, 13は比較例である。No 1は紡糸して収えて巻取ろうとすれば何とか巻取れるが、約2日以上放置しておくと、

パッケージ表面層が自己伸長して亀裂が生じ、内外層間の糸物性差が大きくなる。A3は3500 \times 分での単なる高速紡糸の例であり、逆ターバ型加熱ローラを使用していない。A3とA5、Aとを比較すれば明らかな如く、加熱ローラの使用により残留伸度は大きく減少する。また小角X線長周期が出現しており、熱安定性が良好である。A4は加熱ローラ温度が低いので、残留伸度はかなり減少できるが、熱安定性がよくない。A7は伸長率が足りない例であり、結晶化が不十分で熱安定性がよくない。A8は通常の円筒型加熱ローラにより加熱した例である(伸長率0%)。糸たるみと糸ゆれが大きく、最終的にはラップが発生して安定巻取りは困難であつた。A9は断糸、ラップが発生して巻取はほとんど不可能であつた。A10は単糸間密着が発生し巻取困難であつた。A12とA13は4800 \times 分の引取速度の場合であり、A12は逆ターバ型加熱ローラを使用した例、A13は使用しない例である。加熱ローラを使用

しても残 伸度を大きく低下させる効果はみられない。

実施例2

実施例1で得たサンプルA3、A6及びA7を、延伸同時仮熱加工した。(スピナー回転数33 \times 10⁴r.p.m.、加工ヒーター温度160 \sim 190 $^{\circ}$ C加工速度100 \times 分)加工延伸倍率(DR)は加工糸伸度が30%になるよう決めた。DR=1.10 \sim 1.25とした。その結果を表2表に示す。なお、加工糸の全捲縮率(TC)は次の方法で測定した。試料加工糸を定長下に30本巻取りして30 \times 2本の小巻となし、軽荷重2 \times g/40と重荷重0.1 \times g/40を懸けて1分経過後の総長を l_0 とする。重荷重を除いて1分後に、水中(20 \pm 2 $^{\circ}$ C)に軽荷重を懸けたまま20分間浸漬した後、軽荷重を除いて24時間自然乾燥する。次いで再び先の軽荷重と重荷重を懸けて1分間経過後の総長を l_2 とする。次いで重荷重を除いて1分間経過後の総長を l_3 とする。

$$TC = (l_2 - l_3) / l_1 \times 100$$

表2

原糸 サンプルA	特 性		加工温度(°C)			
			160	170	180	190
A3 (比較)	未解熱	個/本	0	0	0.2	多発
	毛羽	本/チーズ	0	0	4	多発
	TC	%	42	44	42	39
A6 (本発明)	未解熱	個/本	0	0	0	0.2
	毛羽	本/チーズ	0	0	0	5
	TC	%	45	49	53	50
A7 (比較)	未解熱	個/本	0	0	0.2	1.2
	毛羽	本/チーズ	0	0	3	13
	TC	%	42	45	41	40

表2表に示す如く、原糸サンプルA6(本発明)を使用した場合は加工温度180 $^{\circ}$ Cまでは未解熱、毛羽が全く発生しない。それに対し、単なる高速紡糸で得たA3の原糸を使つた場合や低伸長熱処理したA7の原糸を用いた場合は加工温度180 $^{\circ}$ Cでは未解熱、毛羽が発生して、この温度での加工は実用的に不可能である。また、本発明では加工温度が170 $^{\circ}$ Cよりも180 $^{\circ}$ C

のTCが大きいのにに対し、比較例の場合は、170 $^{\circ}$ Cよりも180 $^{\circ}$ CのTCの方が減少している。また、TCの絶対値も本発明の場合の方が大きく、捲縮性能が優れている。また、本発明では残留伸度が小さいので、伸度30%の加工糸を得るに必要な加工延伸倍率が小さくできる(A3はDR=1.25、A6はDR=1.10)。捲縮率(TC)は延伸倍率の増加とともに低下するので、低伸倍率を小さくできる原糸が優れているといえるのである。

実施例3

原糸サンプルA3(比較例)、A6(本発明)及びA7(比較例)について、実施例2に示した加工糸の内、加工温度170 $^{\circ}$ Cの加工糸を用いて、それらの熱荷重に対する捲縮堅牢性(熱ヘタリ)を測定した。捲縮の熱ヘタリは実施例2の全捲縮率(TC)を求める方法において、水中(20 \pm 2 $^{\circ}$ C)で軽荷重を懸けたまま20分間浸漬する代わりに、沸騰水中(98 $^{\circ}$ C)で

特開 昭51-47114(5)

2～50 kg/de の付加荷重を懸けて20分間浸漬し、他は実施例2で述べたと同じ条件で ℓ_1 、 ℓ_2 、 ℓ_3 を測定し、上述の式によりT.Cを求めた。オ3表にT.Cと付加荷重の関係を示す。

オ3表

原糸サンプルNo	付加荷重 (kg/de)				
	2	5	10	20	50
No 3 (比較例)	22	15	10	7	6
No 6 (本発明)	35	20	15	9	7
No 7 (比較例)	24	16	11	7	6

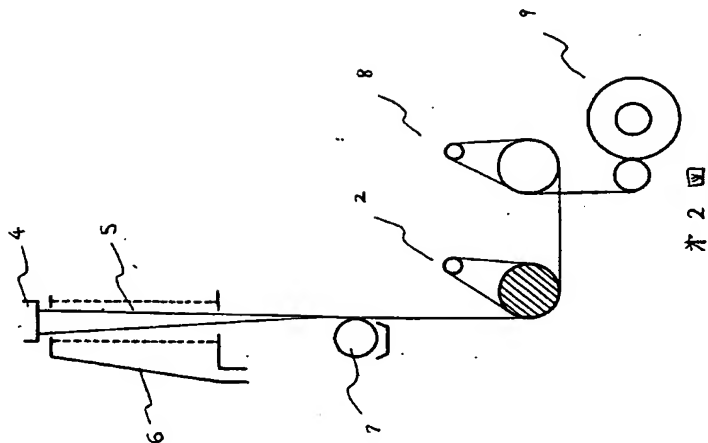
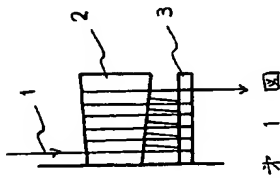
オ1図は本発明において使用するに好適な逆テーパー型加熱ローラの側面図であり、オ2図は本発明の一実施態様を示す概略図である。図において2は逆テーパー型加熱ローラ、4は紡糸口金8は冷却ローラ、9はワインダーである。

特許出願人 帝人株式会社
代理人 弁理士 前田 純 博

同表において、特に付加荷重2～10 kg/de の領域において、本発明の糸使いの加工糸は熱荷重に対する堅牢性が顕著に優れている。

本発明と比較例は、いずれも加工糸伸度30%、加工温度170℃で同じであるが、このように堅牢性に差異が生じた原因は、加工用原糸の構造が異なるため熱安定性に差が出てきたためと考えられる。

4. 図面の簡単な説明



4 前記以外の発明者

イワキ シオオアノヘ
大阪府茨木市大字耳原 1番地

イワノ ロウ イナ
尾原 新一

イワタニ シロ アサキ
山口県岩国市日の岡町 2番1号

イワノ シロ
尾川 四郎

イワタニ シロ アサキ
愛媛県松山市北吉田町 77

イワノ シロ
尾川 新一



大阪府茨木市大字耳原 1番地

イワノ シロ
尾川 新一